

Министерство образования и науки Российской Федерации  
ФГАОУ ВПО «Уральский федеральный университет  
имени первого Президента России Б.Н. Ельцина»

УДК 669.017  
ГРНТИ 53.49.07  
Инв. №

УТВЕРЖДАЮ  
Проректор по науке  
\_\_\_\_\_ Кружаев В.В.  
«\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2013

ОТЧЕТ

О НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКОЙ РАБОТЕ

В рамках выполнения п.2.1.2.1 Плана реализации мероприятий Программы развития  
УрФУ на 2013 год

ПО ТЕМЕ:

**«Электронно-микроструктурные исследования аустенитных коррозионно-  
стойких сталей различного легирования для упругих элементов»**  
(Заключительный)

Заведующий кафедрой  
металловедения  
профессор, д.т.н.

\_\_\_\_\_ М.А. Гервасьев  
подпись, дата

Научный руководитель  
профессор, д.т.н.

\_\_\_\_\_ Л.А. Мальцева  
подпись, дата

Исполнитель

\_\_\_\_\_ Н.Н. Озерец  
подпись, дата

Екатеринбург 2013

## Реферат

1. ФИО автора: Озерец Наталья Николаевна  
Ozerets Natalia Nikolaevna

2. Аннотация:

В отчете представлены результаты исследований, выполненных по 2 этапу Договора № 2.1.2.1./32 от 27.05.2013 г. «Электронно-микроструктурные исследования аустенитных коррозионно-стойких сталей различного легирования для упругих элементов» в рамках выполнения п.2.1.2.1 Плана реализации мероприятий Программы развития УрФУ на 2013 год.

Цель работы – изучение влияния легирующих элементов на структурные и фазовые превращения в метастабильных аустенитных сталях с помощью электронной микроскопии в зависимости от термических и механических обработок, а также определение характера и морфологии упрочняющих интерметаллидных фаз при старении.

В работе проведен комплексный анализ структуры: микроструктурные, электронно-микроструктурные исследования, которые показали, что упрочнение при старении закаленных аустенитных сталей незначительно, однако аустенит исследуемых сталей является деформационно-нестабильным и полностью превращается в мартенсит деформации при холодной пластической деформации; кобальт подавляет образование  $\delta$ -феррита; установлены температурные интервалы существования интерметаллидных фаз, NiAl и  $\chi$ -фазы, в метастабильных аустенитных сталях при нагреве; показано изменение состава  $\chi$ -фазы с увеличением содержания в аустенитных сталях кобальта:  $(\text{Fe,Ni})_{42,0}\text{Cr}_{13,0}\text{Mo}_{2,0}\text{Al}_{1,0} \rightarrow (\text{Fe,Ni})_{39,0}\text{Cr}_{14,0}\text{Mo}_{2,0}\text{Co}_{2,0}\text{Al}_{1,0}$

The report presents the results of research performed for phase 2 of the Agreement no 2.1.2.1./32 from 27.05.2013, «Electron-microstructural study of austenitic corrosion-resistant steels of different alloying for elastic elements within the п.2.1.2.1 Plan of implementation of the Program of development of UrFU for 2013.

The purpose of the work is to study the influence of alloying elements on structural and phase transformations in metastable austenite steel by electron microscopy depending on the thermal and mechanical treatments, as well as determination of the nature and morphology of hardening intermetallic phases during aging.

In a comprehensive analysis patterns: microstructural, electron-microstructural studies, which showed that the hardening of the ageing of austenitic steels hardened slightly, but austenite steels is the strain-unstable and completely transformed into martensite in cold plastic deformation; cobalt, inhibits  $\delta$ -ferrite; determined temperature intervals of existence of intermetallic phases, NiAl and  $\chi$ -phase steels at heating; shows the changing composition of the  $\chi$ -phase with the increased content in steel cobalt:  $(\text{Fe,Ni})_{42,0}\text{Cr}_{13,0}\text{Mo}_{2,0}\text{Al}_{1,0} \rightarrow (\text{Fe,Ni})_{39,0}\text{Cr}_{14,0}\text{Mo}_{2,0}\text{Co}_{2,0}\text{Al}_{1,0}$ .

3. Ключевые слова: мартенсит деформации, высокая прочность, структура, феррит, аустенит, метастабильность, электронная структура.  
martensite deformation, strength, structure, ferrite, austenite, metastability, electronic structure.

4. Тема отчета: Электронно-микроструктурные исследования аустенитных коррозионно-стойких сталей различного легирования для упругих элементов.  
Electron-microstructural study of austenitic corrosion-resistant steels of different alloying for elastic elements.

## СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	4
Электронно-микроструктурные исследования аустенитных коррозионно-стойких сталей различного легирования для упругих элементов .....	5
1. Влияние температуры нагрева под закалку на структуру исследуемых сталей.....	5
2. Влияние холодной пластической деформации на структуру и свойства исследуемых сталей.....	20
3. Изменение структуры деформированной проволоки при старении .	21
Заключение .....	0
Список используемых источников.....	1

## Введение

Для производства высокопрочной проволоки широко используются метастабильные аустенитные стали. Однако применяемая в промышленности сталь 12X18H10T имеет ряд существенных недостатков: пониженную релаксационную стойкость, а также технологичность и пластичность, что приводит к большому числу промежуточных отжигов при волочении проволоки особенно тонких сечений.

В связи с этим на кафедре металловедения УрФУ разработаны новые коррозионно-стойкие аустенитные стали на Fe-Cr-Ni-основе дополнительно легированные Co, Mo, Ti, Al. Все разработанные стали являются практически безуглеродистыми, содержание углерода в них не превышает 0,02%, что обеспечивает высокую пластичность и технологичность в закаленном состоянии.

Формирование высокопрочного состояния в новых разработанных сталях достигается за счет выбора соответствующих принципов легирования и получения нужного структурного класса материала, а также сочетания и использования различных механизмов упрочнения: твердорастворного упрочнения, деформационного упрочнения в матричных фазах без фазовых переходов, деформационного упрочнения за счет протекания  $\gamma \rightarrow \alpha$  или  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$  превращения, а также дисперсионного упрочнения с выделением интерметаллидных фаз.

Для метастабильных аустенитных сталей важная технологическая операция в производственном цикле – холодное волочение – не только обеспечивает получение проволоочной заготовки заданного размера, но и является эффективным способом структурного упрочнения и формирования конечных служебных свойств будущего изделия. Кроме того последующее последеформационное старение приводит к дополнительному повышению прочностных свойств материала, за счет распада пересыщенного твердого раствора при старении с образованием упорядоченных интерметаллидных фаз.

Целью данного исследования является изучение влияния легирующих элементов на структурные и фазовые превращения в метастабильных аустенитных сталях с помощью электронной микроскопии в зависимости от термических и механических обработок, а также определение характера и морфологии упрочняющих интерметаллидных фаз при старении.

## Электронно-микроструктурные исследования аустенитных коррозионно-стойких сталей различного легирования для упругих элементов

Технология получения высокопрочной проволоки, изготовленной как из исследуемых сталей, так и из промышленной стали 12Х18Н10Т, состоит из 3-х основных этапов. Первый этап – закалка на пересыщенный твердый раствор, используемая как смягчающая термическая обработка перед пластической деформацией. Вторым этапом – холодная пластическая деформация (волочением) является одной из основных операций, которая позволяет получить высокие прочностные характеристики на холоднотянутой проволоке. Опытным путем были определены максимальные значения суммарной степени деформации проволоки для каждой марки стали (на различных диаметрах), при которой еще сохраняется ресурс пластичности металла при достижении высоких прочностных свойств.

Третьим этапом достижения высокопрочного состояния является старение. Следует отметить, что старению обычно подвергаются готовые изделия. Поэтому старению чаще всего предшествуют такие операции как рубка, штамповка, загибка и т.п. [1-3].

### 1. Влияние температуры нагрева под закалку на структуру исследуемых сталей

Материалом исследования в данной работе служили новые практически безуглеродистые сплавы на Fe-Cr-Ni основе с варьированием по содержанию Al, Ni и Co в пределах базового состава исследованной ранее стали 03Х14Н11К5М2ЮТ (плавка 129), а также стали той же системы легирования с пониженным содержанием кобальта (до 0,8, а иногда и до 0 %). Химический состав исследуемых сталей приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав исследуемых сталей

Порядковый номер		Содержание элементов в мас. %*								
		C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Co	Ti	Al
Группа I	Плавка 2	0,027	0,18	0,16	13,15	11,7	2,83	4,20	0,23	0,70
	Плавка 4	0,03	0,21	0,19	15,1	11,15	2,6	4,5	0,28	0,8
	Плавка 8	0,03	0,3	0,23	14,6	10,9	2,5	5,1	0,3	0,9
	Плавка 9	0,013	0,19	0,16	13,7	11	2,45	5,5	0,3	0,5
Группа II	Плавка 5	0,03	0,3	0,08	15,7	10,52	2,7	0,7	0,36	0,98
	Плавка10	0,03	0,18	0,07	14,2	12,44	2,8	0,9	0,3	1,5
	Плавка11	0,03	0,2	0,07	14,8	11,1	1,75	0,06	0,3	0,8
	Плавка12	0,03	0,2	0,12	14,7	10,8	2,56	0,7	0,5	0,6
Плавка 129**		0,02	0,12	0,07	14,2	11,4	2,2	4,5	0,4	0,83

\* содержание S, P не более 0,025 %, остальное Fe;

\*\* плавка 129 была разработана, изучалась ранее и взята за основу

Выплавленные стали, имея небольшой разбег по основным легирующим элементам, были условно поделены на две основные группы (табл. 1). Критерием деления служило содержание кобальта.

Выплавку проводили в индукционных печах открытого типа с использованием аттестованных чистых материалов и армко-железа. Слитки весом 10–20 кг подвергали гомогенизационному отжигу при 1160° С в течение 10 ч, механической зачистке, ковали и обтачивали на диаметр 14 мм. Для изучения формирования структуры сплава при закалке образцы нагревались в температурном интервале 800–1200° С с шагом 100° С, с последующим охлаждением в воде. Время выдержки при температуре нагрева под закалку составляло 15–20 мин. Термическую обработку проводили в печах типа СНОЛ.

Исследуемые стали после закалки от 1000° С в воду были протянуты по маршрутам: с диам. 8,0 на диам. 0,88 мм; с диам. 14,3 на диам. 2,77 мм; с диам. 3,5 на диам. 0,44 мм. Единичные обжатия по маршрутам волочения составляли порядка 20 %. Термическая обработка на промежуточных проходах не производилась. По маршруту волочения были отобраны проволоочные образцы для механических испытаний и дальнейших исследований. Последующее старение закаленных от 1000° С сталей, а также последеформационное старение, проводили при температурах 300, 400, 500, 600, 650 и 700° С, со временем выдержки 1 ч.

Микроструктура сталей типичная для аустенитных коррозионно-стойких сталей. Структура всех закаленных сталей состоит из зерен аустенита полиэдрической формы с тонкими границами и двойниками отжига и содержит довольно большое количество мелких точечных выделений второй фазы, как правило, расположенных внутри зерен (рис. 1-3).

Некоторым исключением являются стали I группы, в структуре которых выделений второй фазы значительно меньше, чем в сталях II группы. Для сталей второй группы с пониженным содержанием кобальта в случае низкотемпературной закалки характерно и несколько меньшее количество двойников отжига в структуре.

При низкотемпературной закалке от 800° С наблюдается повышенная травимость  $\gamma$ -твердого раствора, что свидетельствует о его неоднородности и присутствии частиц вторых фаз.

Дальнейшее повышение температуры нагрева под закалку (выше 1100° С) способствует росту зерна аустенита. В сталях с пониженным содержанием кобальта (плавки 5 и 11) после закалки в структуре стали отмечается небольшое количество  $\delta$ -феррита, о наличии которого также свидетельствует появление слабой намагниченности. Количество  $\delta$ -феррита в данных сталях увеличивается с повышением температуры нагрева под закалку.

Можно отметить положительное влияние  $\delta$ -феррита в плавках с пониженным содержанием кобальта, который сдерживает рост зерна аустенита в случае высокотемпературной закалки.

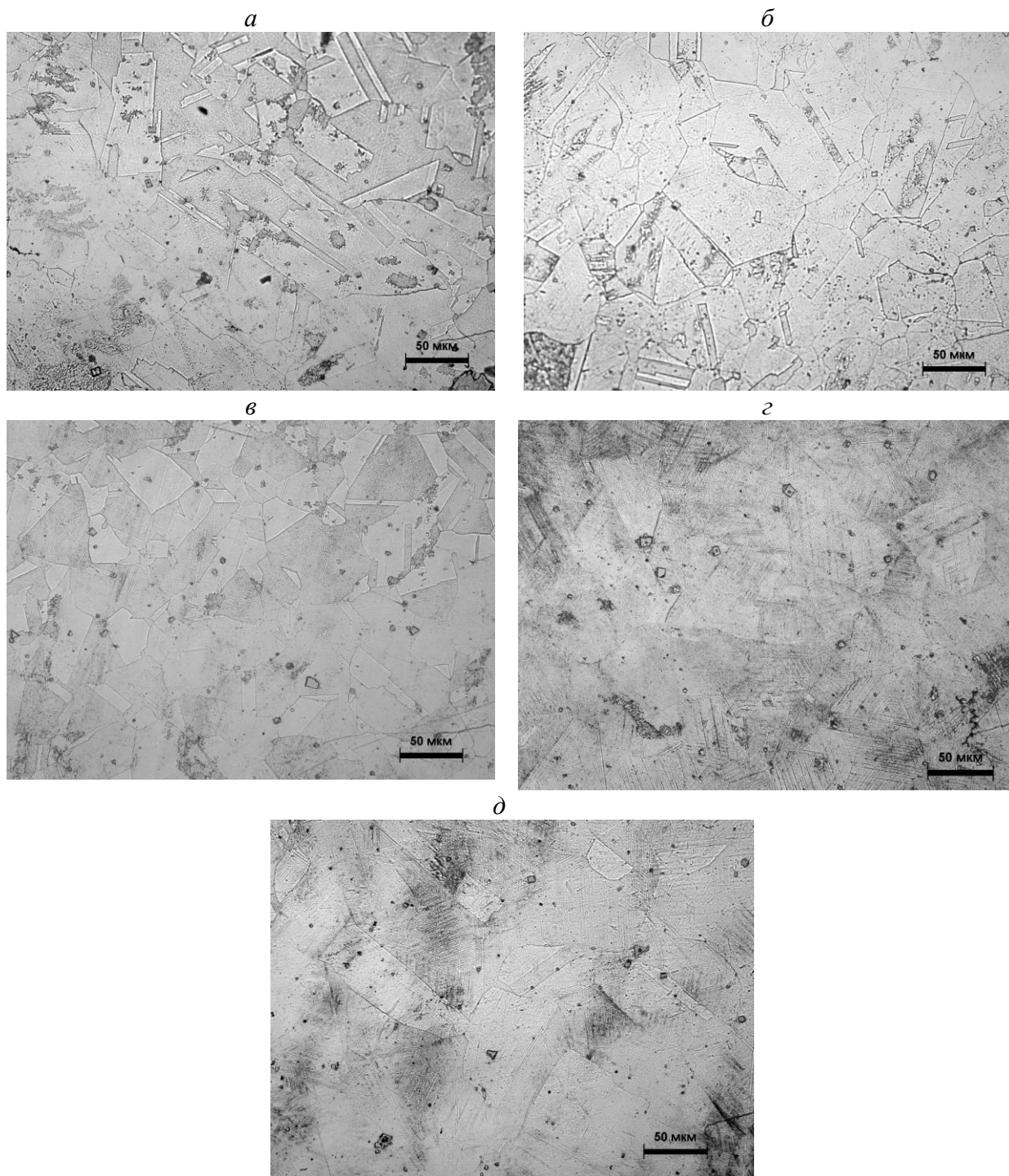


Рис. 1. Микроструктура закаленной от разных температур стали – плавка 4:  
*a* – 800° C; *б* – 900° C; *в* – 1000° C; *г* – 1100° C; *д* – 1200° C

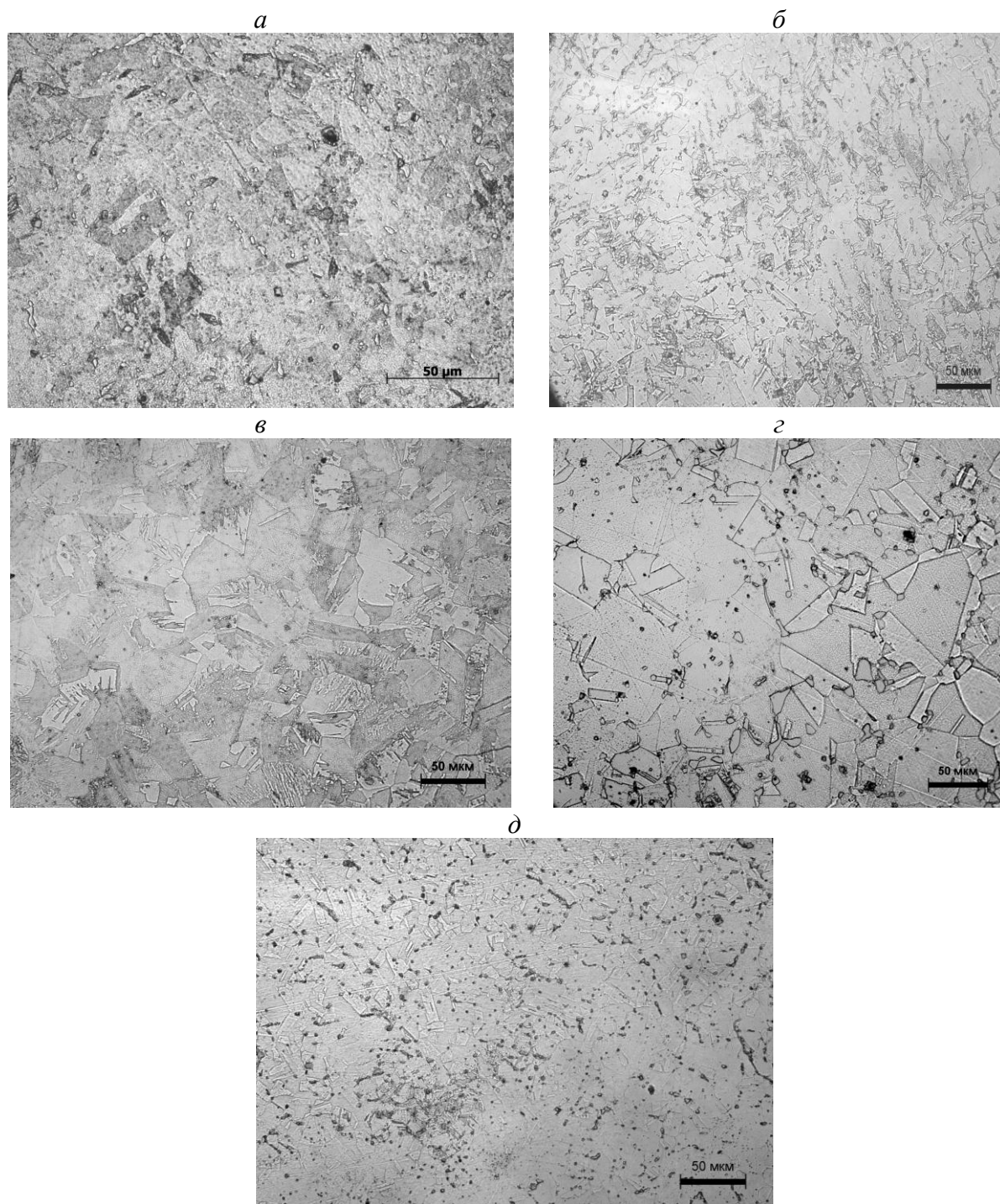


Рис. 2. Микроструктура закаленной от разных температур стали – плавка 5:  
*a* – 800° C; *б* – 900° C; *в* – 1000° C; *г* – 1100° C; *д* – 1200° C



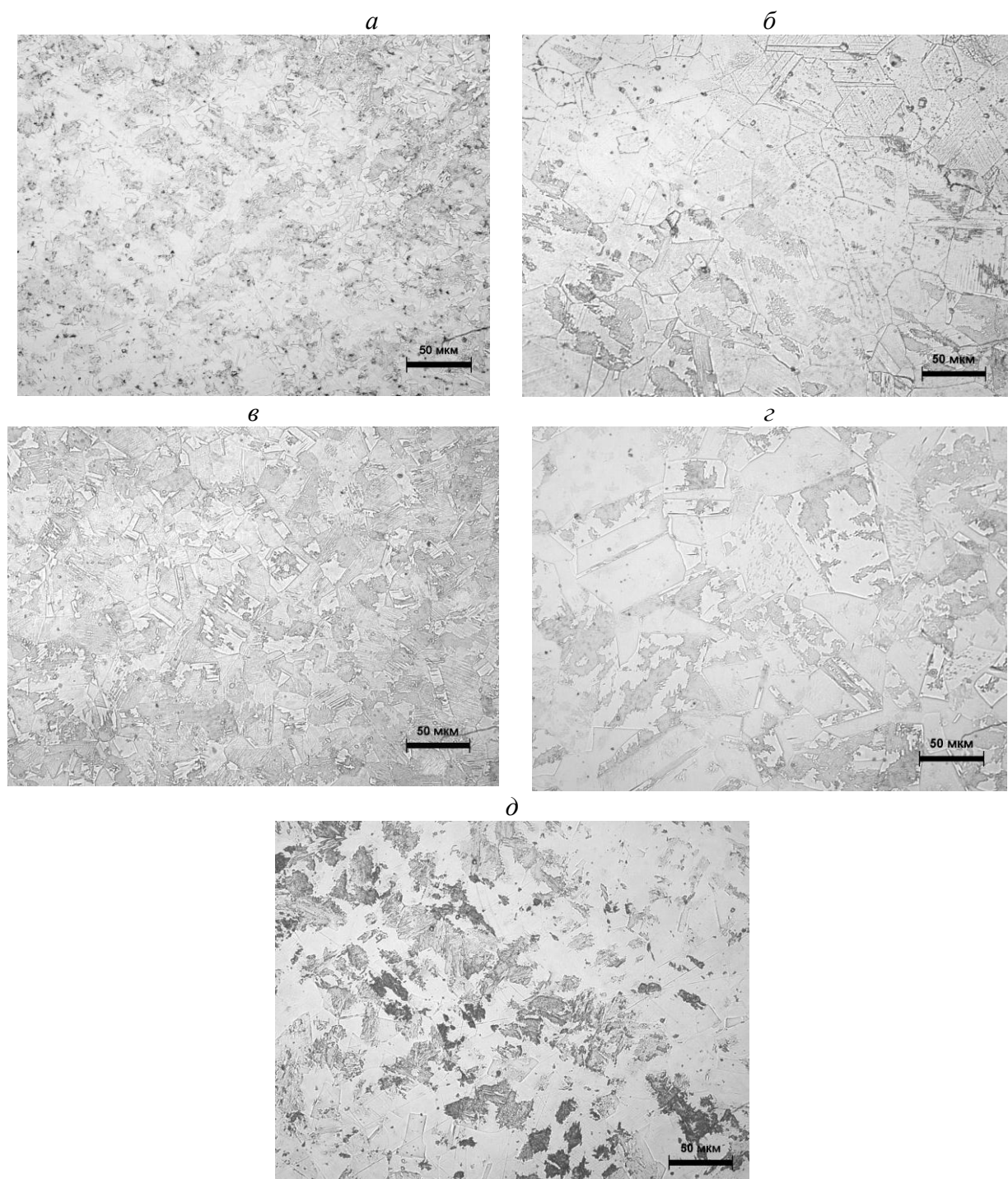


Рис. 3. Микроструктура закаленной от разных температур стали – плавка 11:  
*a* – 800° C; *б* – 900° C; *в* – 1000° C; *г* – 1100° C; *д* – 1200° C

Фазовый рентгеноструктурный анализ всех закаленных от 800–1000° С сталей показал, что кроме основной фазы, которой является аустенит, в структуре можно отметить присутствие небольшого количества предположительно  $\chi$ -фазы (CrNiMoTi), количество которой уменьшается с повышением температуры нагрева под закалку.

Растворение  $\chi$ -фазы приводит к обогащению твердого раствора ферритообразующими элементами (хромом, молибденом, алюминием и др.), что, по-видимому, и является причиной возникновения  $\delta$ -феррита за счет  $\gamma \rightarrow \delta$  превращения (см. плавки 5 и 11). В сталях, содержащих повышенное количество кобальта (плавки 2, 4, 8 и 9) после закалки от 1100° С  $\delta$ -феррит не фиксируется, данные стали обладают более однородной структурой. Однако однофазную область аустенита в этих сталях не удалось получить даже после закалки от 1200° С. В структуре сталей наблюдается небольшое количество карбонитридных включений, равномерно распределенных в объеме.

Приведенные на рис. 4-6 данные электронно-микроскопического исследования позволяют уточнить природу второй фазы, которая наблюдалась в исследуемых сталях, закаленных от 1000° С. На электронограммах видно, что выделяющаяся из аустенита, интерметаллидная фаза расшифровывается как  $\chi$ -фаза с кубической решеткой (рис. 5-6). Результаты анализа тонкой структуры закаленных сталей указывают на наличие высокой плотности дислокаций в аустените закаленных от 1000° С образцов (рис. 4).

Следует отметить, что в кобальтсодержащих сталях обнаруженная высокотемпературная интерметаллидная  $\chi$ -фаза переменного состава, кроме указанных элементов содержит еще и кобальт, заменяющий в решетке атомы железа и никеля. Его наличие обуславливает следующее изменение ориентировочного состава  $\chi$ -фазы:  $(\text{Fe,Ni})_{42,0}\text{Cr}_{13,0}\text{Mo}_{2,0}\text{Al}_{1,0} \rightarrow (\text{Fe,Ni})_{39,0}\text{Cr}_{14,0}\text{Mo}_{2,0}\text{Co}_{2,0}\text{Al}_{1,0}$  (согласно атомным процентам по данным МРСА) из расчета на 58 атомов элементарной ячейки. В закаленных от 1000° С образцах плавки 5 отмечалось повышенное количество интерметаллидной фазы. Выбор температуры нагрева под закалку обусловлен с одной стороны, растворением избыточных нежелательных интерметаллидных фаз, а с другой стороны получением однофазной аустенитной структуры и отсутствием интенсивного роста зерна. Поэтому в дальнейшем нагрев под закалку проводился от температуры 1000–1050° С в воду.

После закалки механические свойства всех исследуемых сталей характеризуются максимальной пластичностью ( $\delta = 51\text{--}63\%$ ,  $\psi = 76\text{--}86\%$ ) и вязкостью ( $KCV = 2,26\text{--}3,69$  МДж/м<sup>2</sup>), а также не высокими значениями прочности, предела текучести и твердости. Различие этих характеристик для закаленных от 1000° С сталей внутри каждой группы незначительное и обусловлено колебаниями химического состава и степенью пересыщенности  $\gamma$ -твердого раствора.

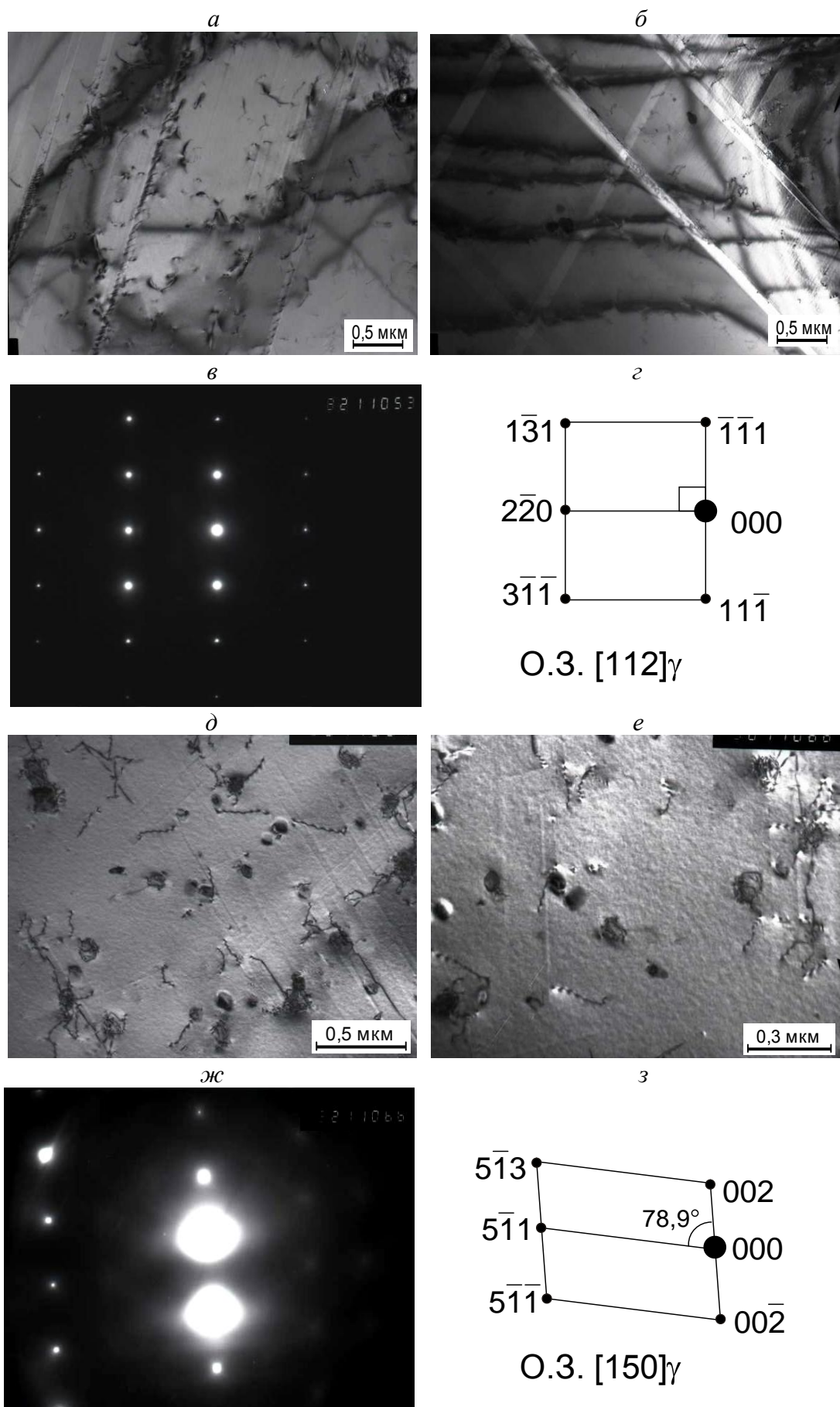
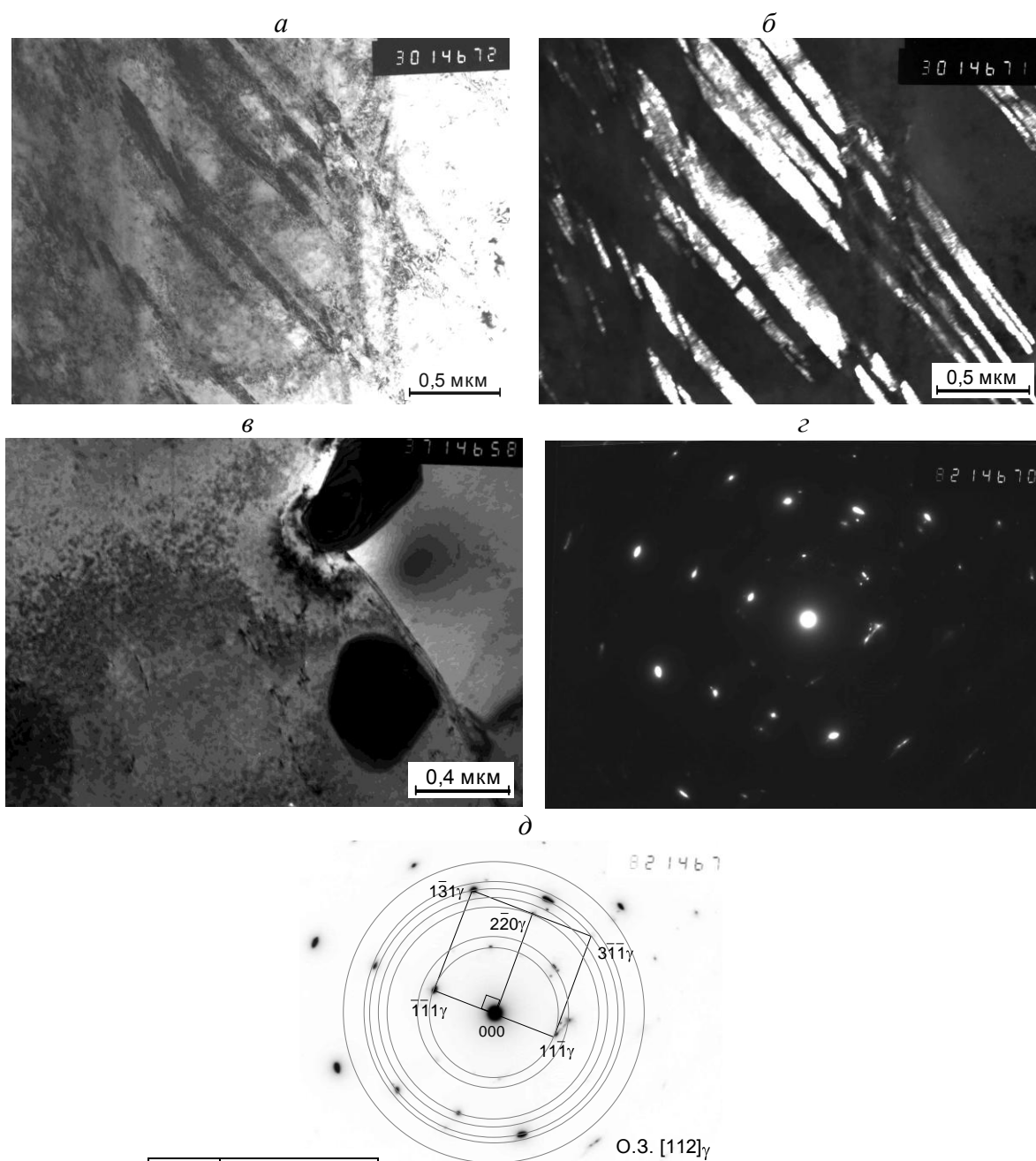
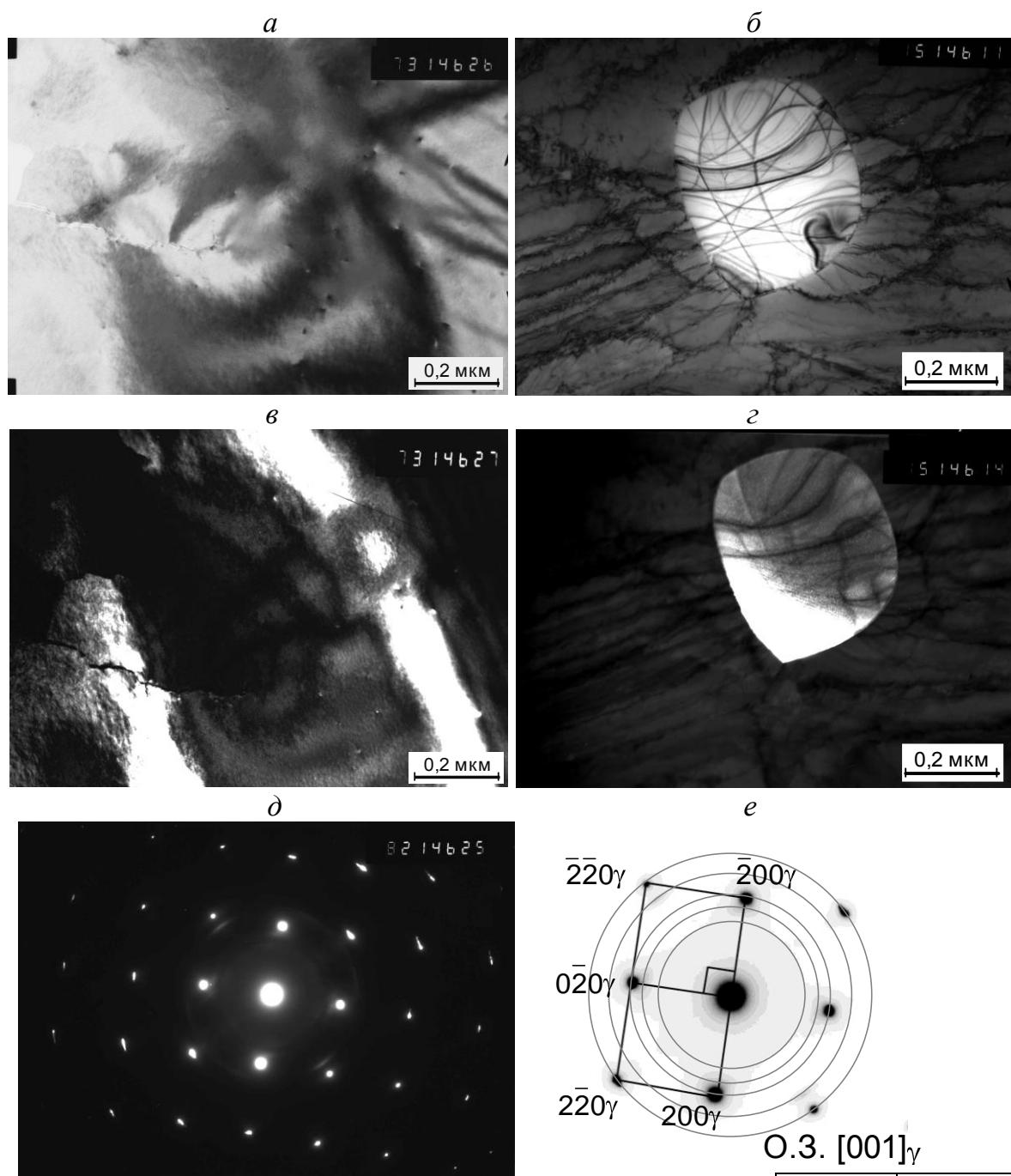


Рис. 4. Тонкая структура закаленной (от  $1000^\circ\text{C}$ ) стали плавки 4:  
*a*, *б*, *д*, – светлопольное изображение; *в*, *ж* – микродифракция;  
*г*, *з* – схема расшифровки; *е* – темнопольное изображение в рефлексе  $(002)\gamma$



d/n	(hkl) $\chi$ -CrNiMoTi
2,07	330
1,81	332
1,24	710
1,14	730

Рис. 5. Тонкая структура закаленной (от 1000° С) стали плавки 5:  
*а, в* – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение в рефлексе  $(\bar{1}\bar{1}1)_\gamma$ ; *в* – микродифракция; *д* – схема расшифровки



d/n	(hkl) $\chi$ -CrNiMoTi
2,49	222
2,07	330
1,81	332
1,45	611
1,28	444

Рис. 6. Тонкая структура закаленной (от 1000° С) стали плавки 11:  
*a* – светлопольное изображение; *б* – светлопольное изображение; *в* – темнопольное изображение в рефлексе (200) $\gamma$ ; *г* – темнопольное изображение в рефлексе (611) $\chi$ -CrNiMoTi; *д* – микродифракция; *е* – схема расшифровки

С точки зрения выбора оптимальных режимов термообработки аустенитных сталей представляет практический интерес формирование микроструктуры, фазового состава и изменение свойств исследуемых сталей при нагреве. Исследование процессов, протекающих при непрерывном нагреве и охлаждении, проводили на образцах, закаленных от  $1000^{\circ}\text{C}$ . Из анализа кривых ДСК (рис. 7) видно, что в ходе нагрева последовательно идут несколько процессов, связанных с выделением фаз, что отвечает представлениям о стадийности распада пересыщенных твердых растворов, а также наблюдаются эффекты эндотермической реакции, связанные с обратным растворением ранее выделившихся интерметаллидных фаз.

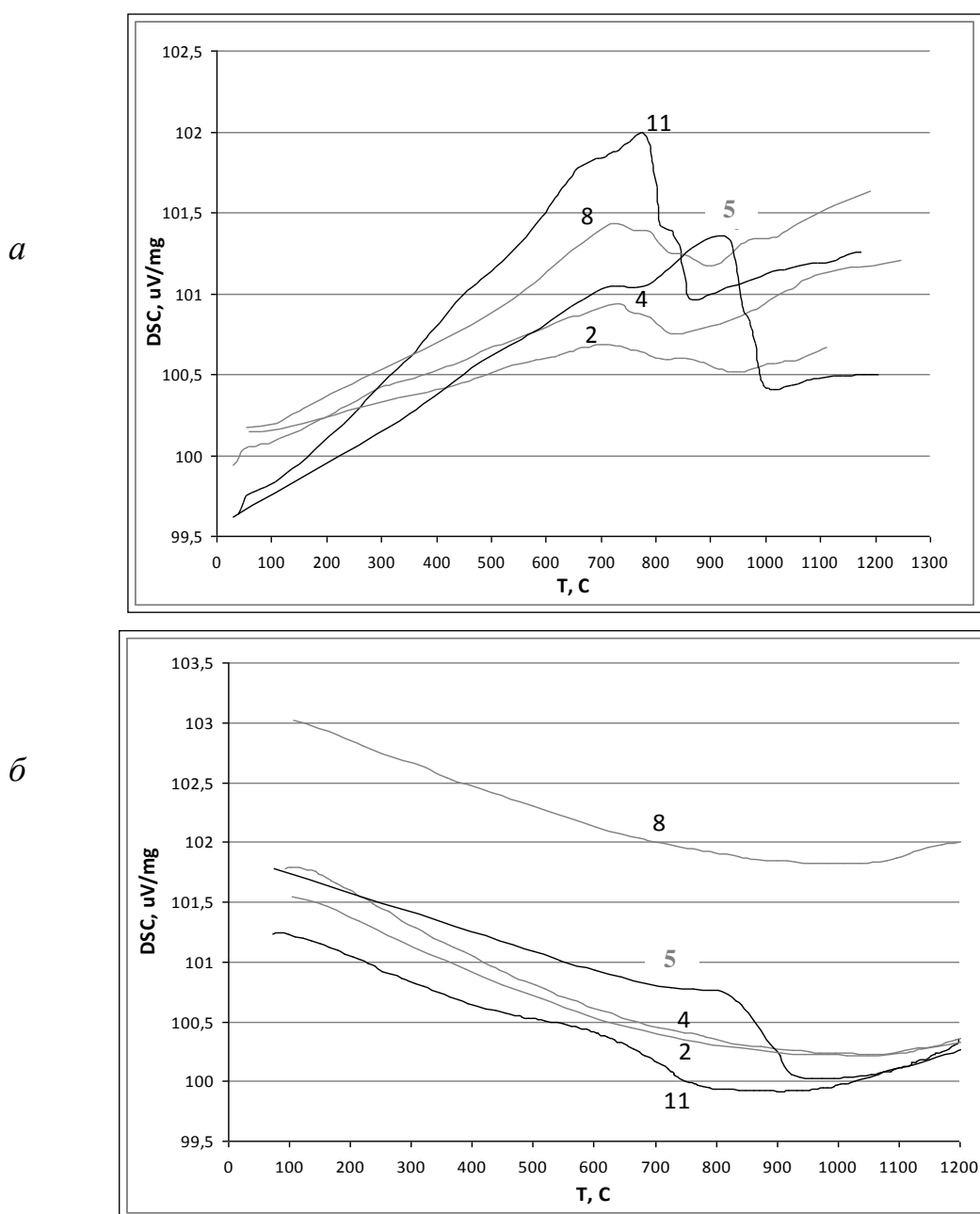


Рис. 7. Кривые дифференциально-сканирующего анализа при нагреве (а) и охлаждении (б) сталей I (плавки 2, 4, 8) и II (плавки 5, 11) групп. Исходное состояние закалка от  $1000^{\circ}\text{C}$ . Цифры у кривых – номера плавков

Обнаруживаются три экзотермических эффекта: очень слабый в интервале температур 400–500 и два высокотемпературных пика в интервале 650–800° С. Первый наиболее слабый экзотермический пик в районе температур 400–500° С связан, с выделением, отвечающей за упрочнение, низкотемпературной интерметаллидной фазы NiAl ( $\gamma \rightarrow \text{NiAl}$ ). Это следует из результатов электронно-микроскопических исследований закаленных и состаренных при 500° С образцов, приведенных далее (рис. 8-10).

Явно выраженный эндоэффект на кривых ДСК в районе 850–1000°С, связан, по видимому, с последующим растворением высокотемпературной  $\chi$ -фазы, приводящему к образованию  $\delta$ -феррита.

Изучение микроструктуры сталей, закаленных от 1000° С с последующим старением в интервале температур 300–700° С, не выявило существенных изменений. Следует отметить, что кривые охлаждения сталей I и II групп не идентичны. Анализ кривых охлаждения сталей с пониженным содержанием кобальта в интервале температур 900–700° С показал наличие экзотермического эффекта, связанного, очевидно, с распадом фазы (см. рис. 7, б).

Известно, что легирование коррозионностойких сталей кобальтом в ряде случаев является необходимым, так как кобальт подавляет нежелательное образование  $\delta$ -феррита в сталях. Очевидно, экзотермический эффект в сталях II группы с пониженным содержанием кобальта при охлаждении из высокотемпературной области связан с распадом  $\delta$ -феррита с образованием в интервале 900–700° С  $\chi$ -фазы переменного состава и обедненного легирующими элементами  $\delta$ -феррита ( $\delta \rightarrow \chi + \delta'$ ) [5-6].

Заметные изменения, наблюдаемые в оптический микроскоп, наступают при нагреве выше 650° С. При более высоких температурах начинается распад аустенита, на который указывали данные рентгеноструктурного и фазового анализа, а также повышенная травимость, связанная с неоднородностью химического состава аустенита.

Для выяснения морфологии упрочняющих интерметаллидных фаз были проведены электронно-микроскопические исследования закаленных от 1000° С и состаренных при 500° С сталей (рис. 8-10).

Электронно-микроскопические исследования позволили установить, что упрочняющей фазой в образцах сталей обеих групп, закаленных от 1000° С и состаренных при 500° С, является интерметаллидная фаза NiAl, дисперсные выделения которой равномерно распределены внутри зерен и имеют нанокристаллические размеры, порядка 10 нм. Проведенные исследования также подтвердили существование высокотемпературной интерметаллидной  $\chi$ -фазы в образцах сталей обеих групп легирования. Частицы  $\chi$ -фазы имеют эллипсовидный профиль формы, проявляют склонность к огранению (рис. 8), распределены внутри аустенитных зерен; размер частиц составляет около 130 нм.

По-видимому, наличие  $\chi$ -фазы в состаренных образцах можно объяснить сохранением нерастворившихся при нагреве под закалку частиц.



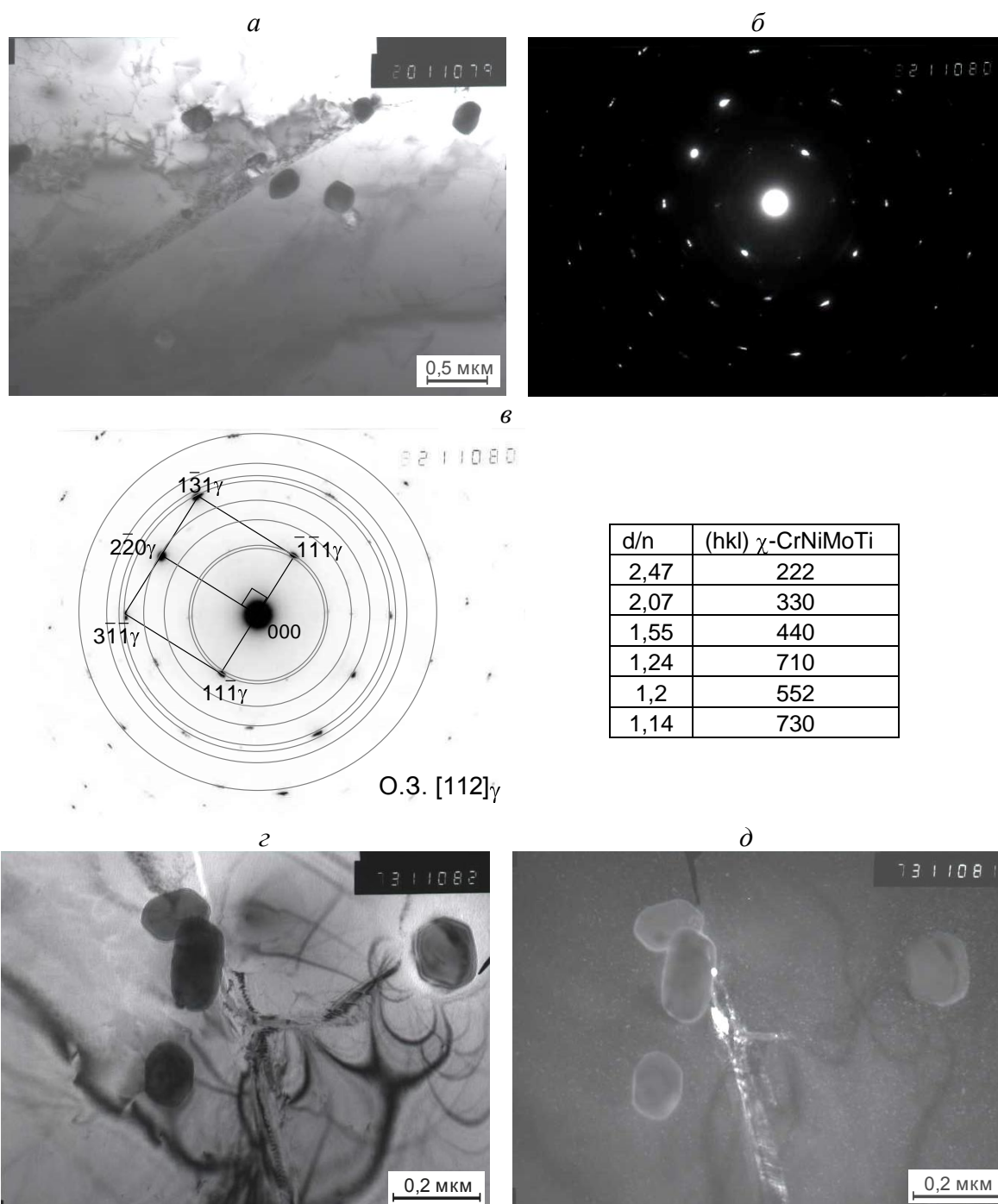
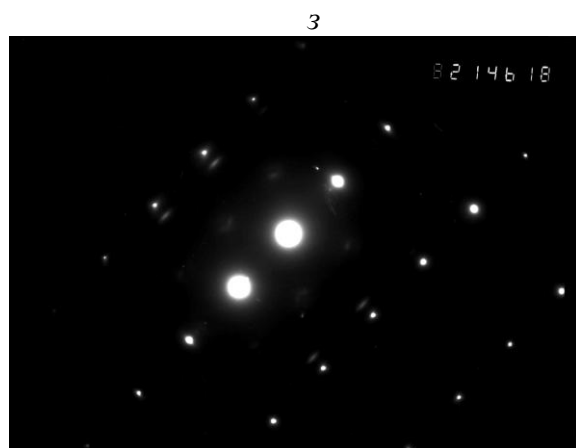
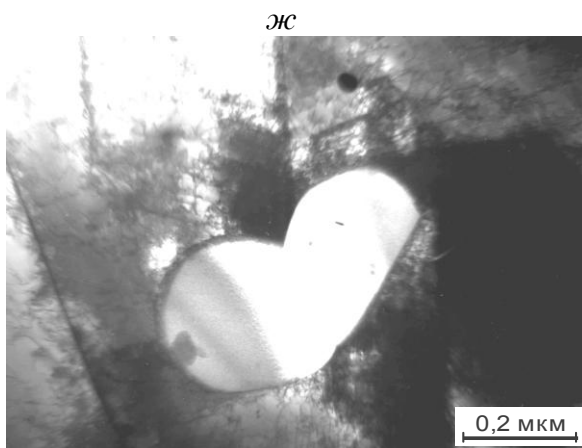
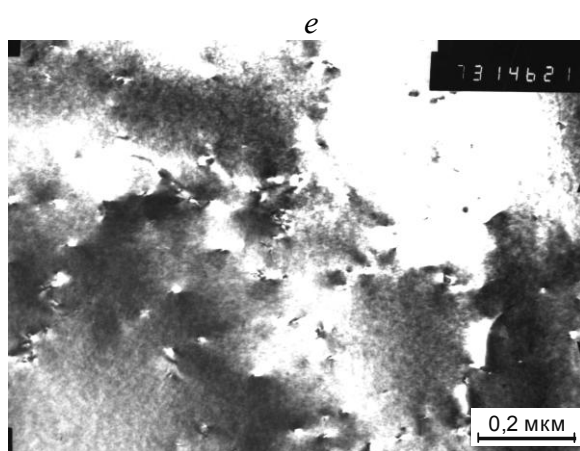
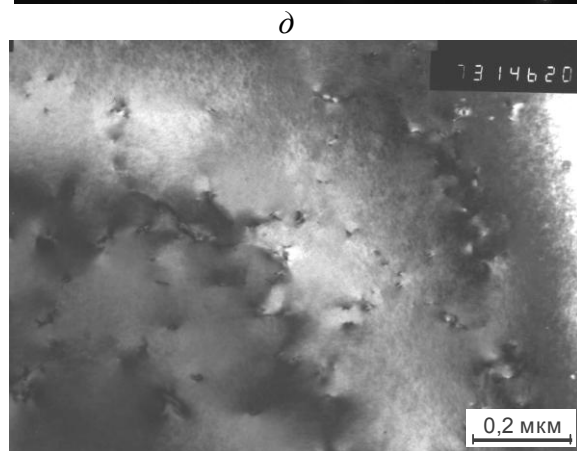
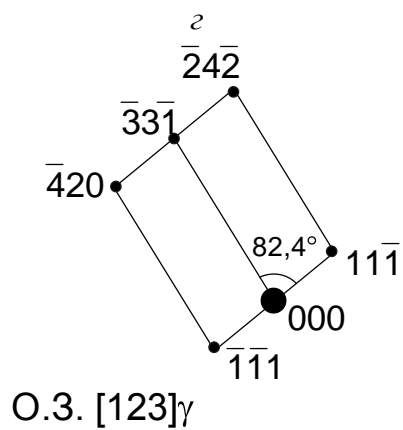
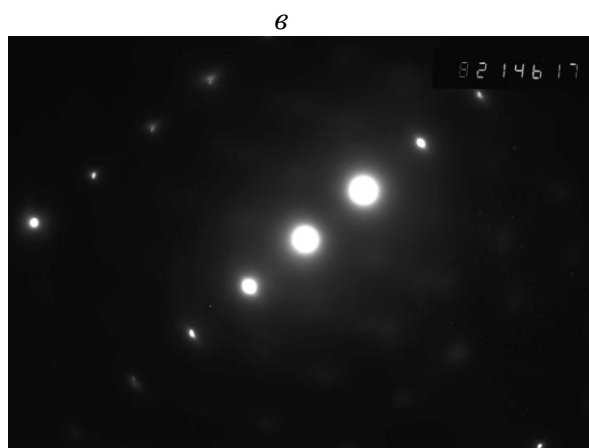
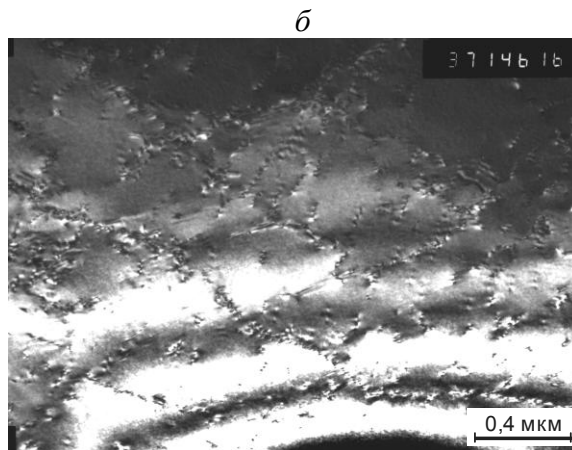
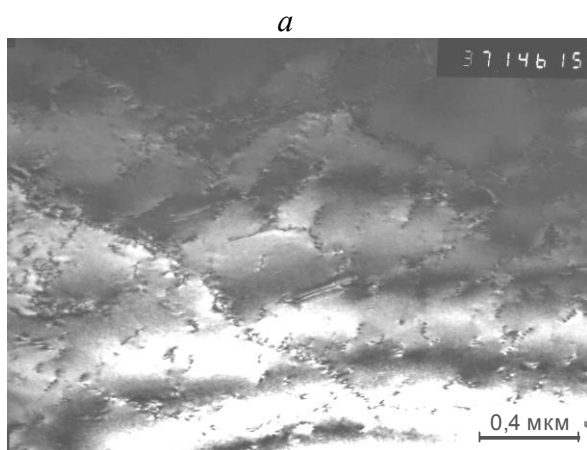


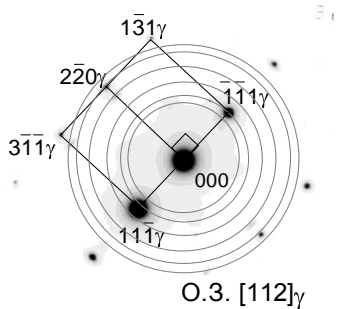
Рис. 8. Тонкая структура закаленной (от 1000° С) и состаренной при 500°С стали плавки 4: *а, г* – светлопольное изображение; *б* – микродифракция; *в* – схема расшифровки; *д* – темнопольное изображение в рефлексе (330)  $\chi$ -CrNiMoTi





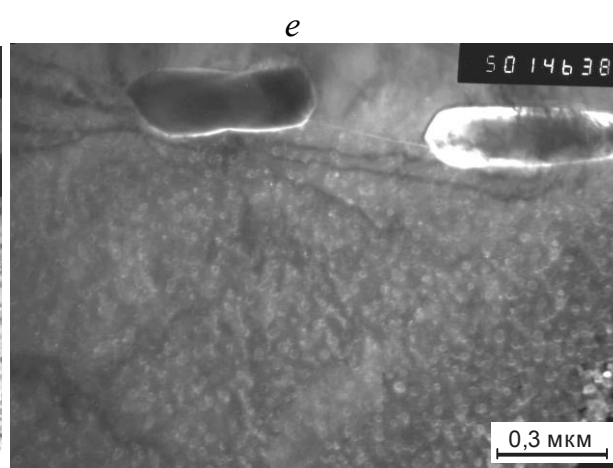
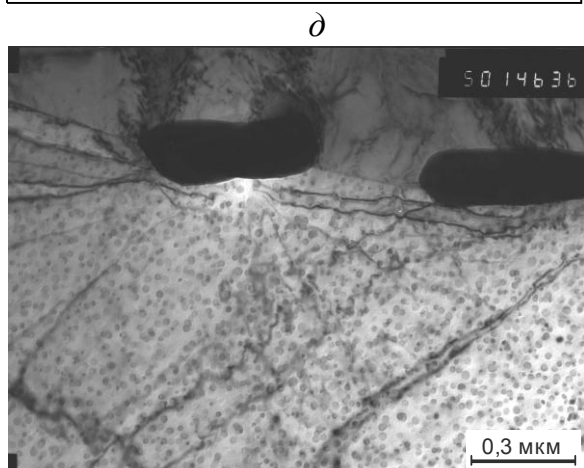
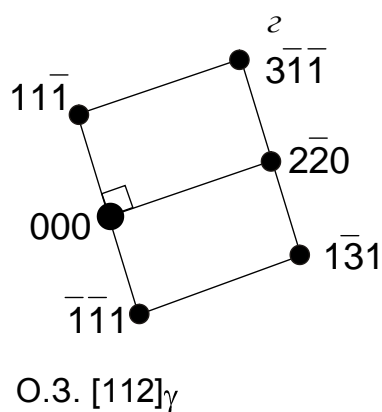
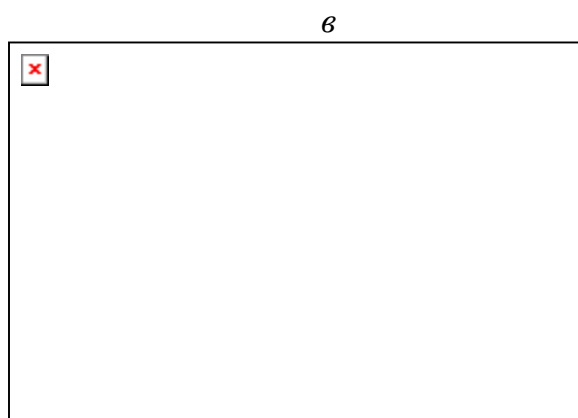
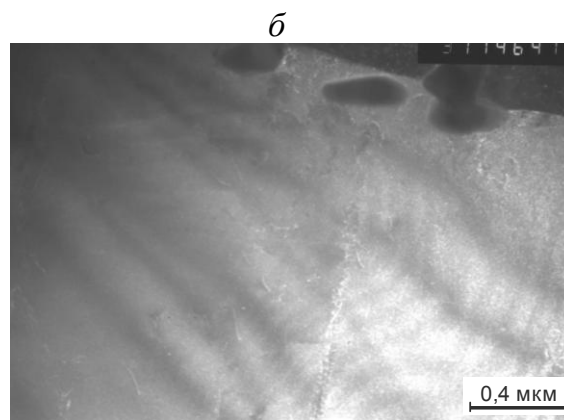
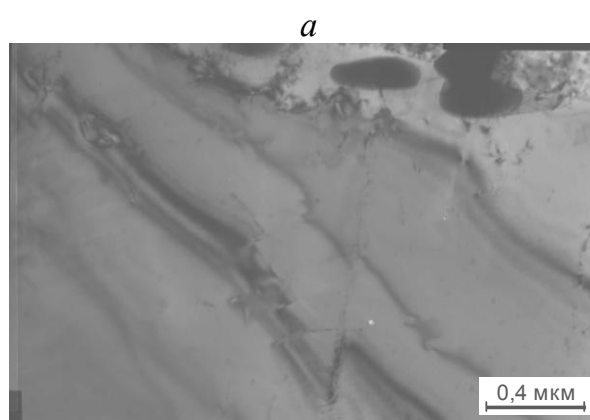
продолжение

и



d/n	(hkl) χ-CrNiMoTi
2,500	222
2,071	330
1,740	510
1,470	600
1,279	444
1,208	552

Рис. 9. Тонкая структура закаленной (от 1000° С) и состаренной при 500°С стали плавки 5: *а, д* – светлопольное изображение; *б, е* – темнопольное изображение в рефлексе  $(\bar{1}\bar{1}1)\gamma$ ; *ж* – темнопольное изображение в рефлексе (552) χ-CrNiMoTi; *в, з* – микродифракция; *г, и* – схема расшифровки



продолжение

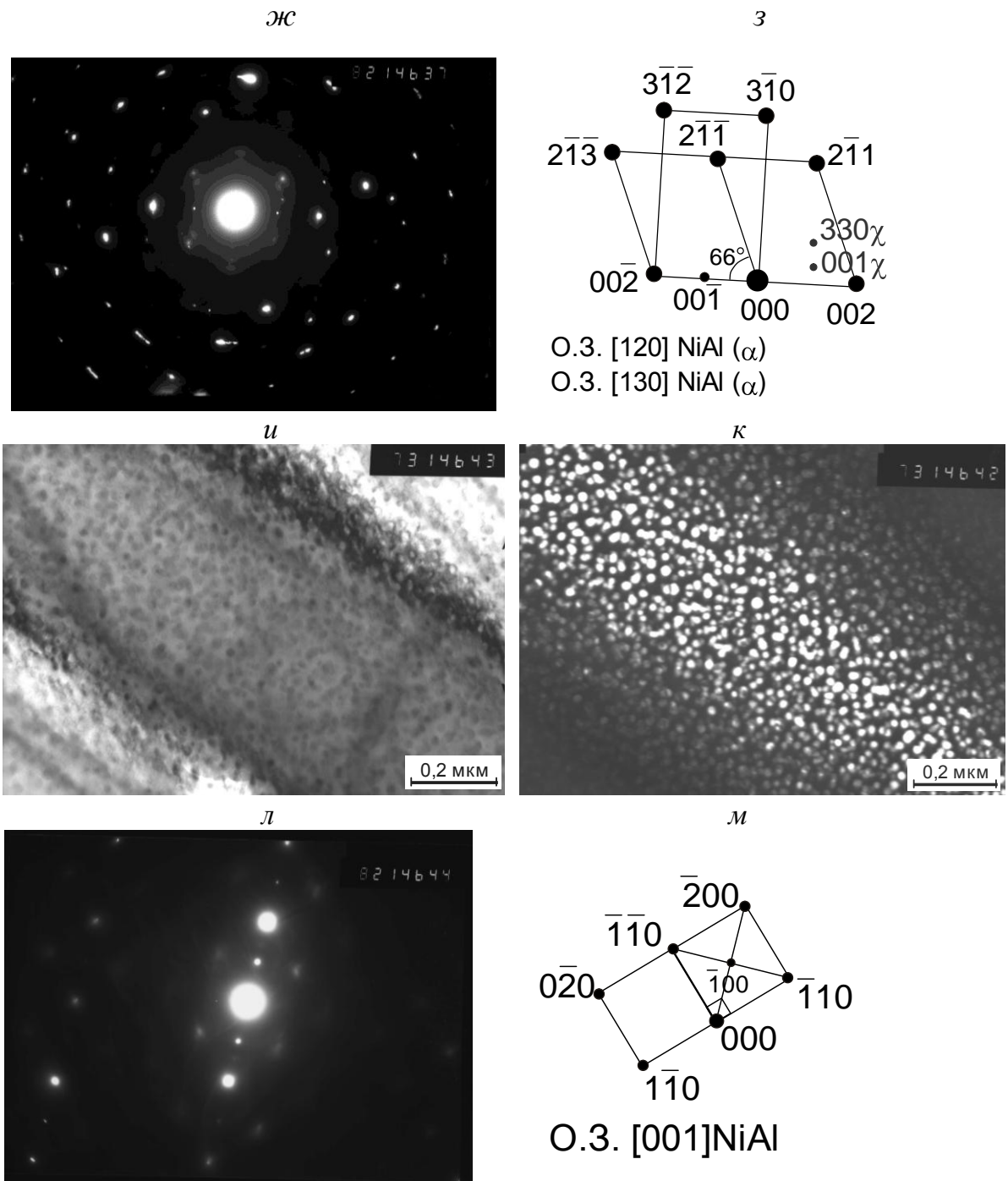


Рис. 10. Тонкая структура закаленной (от 1000° С) и состаренной при 500° С стали плавки 11: а, д, и – светлопольное изображение; б – темнопольное изображение в рефлексе ( $\bar{1}\bar{1}1$ ) $\gamma$ ; е – темнопольное изображение в рефлексе (222)  $\chi$ -CrNiMoTi; в, ж, л – микродифракция; з, з, м – схема расшифровки; к – темнопольное изображение в рефлексе (001)NiAl

Таким образом, проведенные исследования показали, что процессы старения в аустените после закалки во всех исследуемых сталях протекают слабо и не приводят к существенному повышению прочностных свойств, что указывает на неперспективность проведения данной технологической операции после закалки. Не происходит необратимых изменений фазового состава исследуемых сталей при охлаждении до температуры жидкого гелия и последующего отогрева до комнатной температуры. Аустенит исследуемых сталей является термически устойчивым в широком интервале температур от криогенных до повышенных.

## 2. Влияние холодной пластической деформации на структуру и свойства исследуемых сталей

Оптическая микроструктура, приведенная на рис. 11 имеет вид типичный для большинства аустенитных коррозионностойких сталей, подвергнутых деформации волочением.

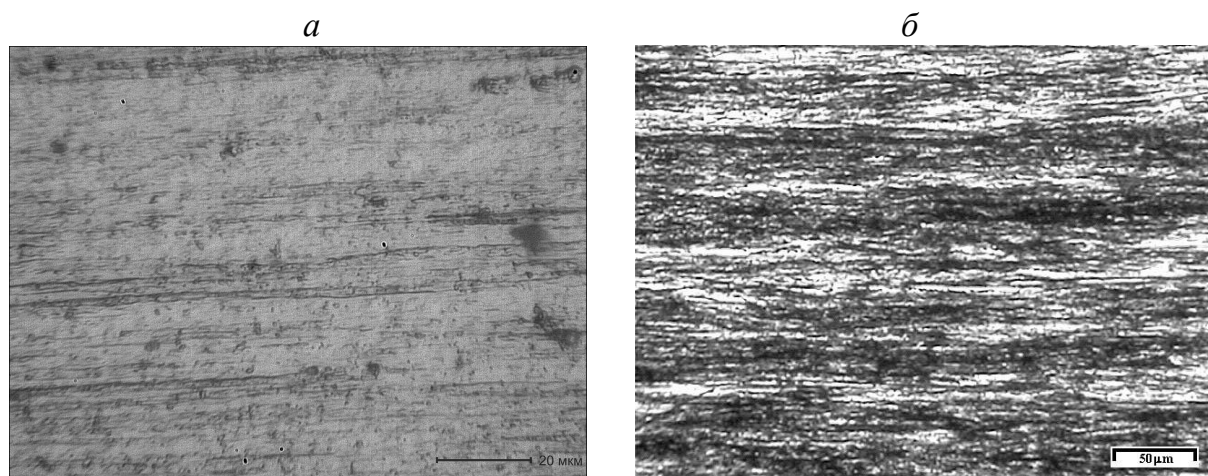


Рис. 11. Микроструктура стали 03X14H11K5M2ЮТ после закалки и деформации  $\epsilon = 1,01$  (а) и  $\epsilon = 3,0$  (б)

При деформации происходит изменение формы зерен – из равноосных они становятся волокнистыми, вытянутыми вдоль оси волочения (рис. 12).

Оrientировку и остроту текстуры определяли по снимкам от торцов образца. Основную ориентировку определяли по отклонению интенсивностей линий от теоретических: если отражение с определенными индексами усилено, то для кубических фаз это означает, что направление именно с этими индексами расположено перпендикулярно торцу проволоки, т.е. расположено вдоль оси волочения. Данное направление приводится в качестве основной ориентировки.

В процессе холодного волочения исследуемой стали формируется аксиальная текстура.



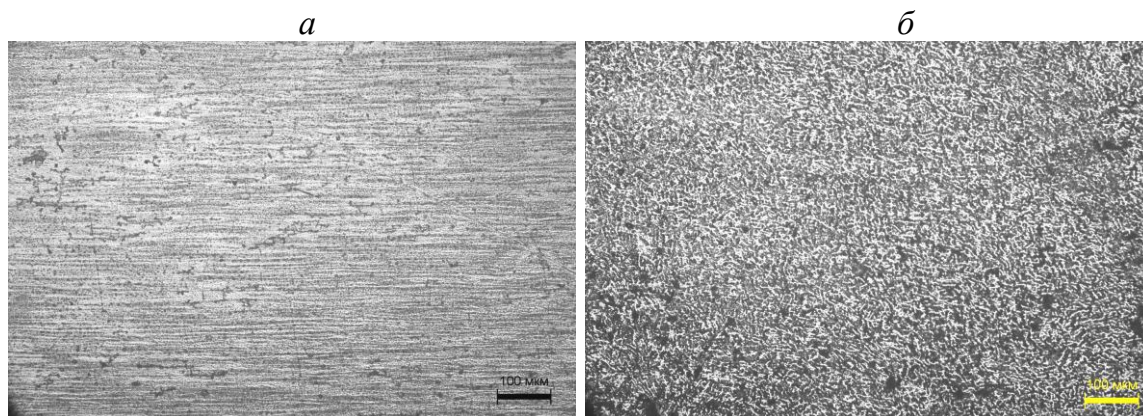


Рис. 12. Микроструктура стали 03X14N11K5M2ЮТ после закалки и деформации на  $\epsilon = 2,32$ : *a* – вдоль оси волочения; *б* – торец

Однозначно утверждать о влиянии легирования на процесс упрочнения нельзя, т.к. в сталях с пониженным содержанием кобальта в закаленном состоянии не удалось получить однофазное состояние, вследствие чего коэффициент деформационного упрочнения этих сталей несколько выше.

Отметим, что применение истинных деформаций выше 2 для сталей с пониженным содержанием кобальта является нецелесообразным, в то время как в сталях с повышенным содержанием кобальта можно использовать и более высокие суммарные деформации ( $\epsilon \sim 3$ ), что позволяет уменьшить количество промежуточных отжигов при производстве проволоки, особенно тонких сечений.

В процессе волочения наряду с повышением прочностных характеристик наблюдали снижение пластических свойств. В результате деформации ( $\epsilon \sim 3,2$ ) пластичность стали плавки 4, характеризуемая относительным сужением  $\psi$ , снизилась с 78 до 43 %, а плавки 5 – с 76 до 21%.

### 3. Изменение структуры деформированной проволоки при старении

Старение закаленной стали происходит слабо и не приводит к достижению высокопрочного состояния в исследуемых сталях, поэтому представляется целесообразным изучить влияние холодной пластической деформации на весь комплекс физико-механических свойств.

Известно, что для получения высокопрочного состояния в метастабильных сталях проведение холодной пластической деформации (особенно волочением) является одним из основных технологических этапов получения проволоки. При этом достигается очень высокая плотность дефектов, что является основой для образования большого числа дисперсных частиц при старении. Кроме этого решающим фактором диспергирования структуры и ее повышенной пластичности являются деформационные  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$  мартенситные превращения.

С целью изучения температурных интервалов выделения упрочняющих и высокотемпературных фаз в холоднодеформированных сталях были проведены исследования дифференциальной сканирующей калориметрией. Анализ кривых ДСК нагрева закаленных и холоднодеформированных образцов, позволяет отметить появление значительных экзо- и эндоэффектов в области низких температур 350–650° С, которые связаны с выделением интерметаллидной фазы из ОЦК-твердого раствора мартенсита деформации с последующим ее растворением ( $\alpha \rightarrow \text{NiAl}$ ) и распадом  $\gamma$ -твердого раствора ( $\gamma \rightarrow \text{NiAl}$ ).

С целью уточнения температурных интервалов и выяснения морфологии выделяющихся фаз была проведена высокотемпературная рентгенография холоднодеформированных образцов, которая показала наличие в структуре, кроме аустенита, мартенсита деформации и высокотемпературной (выше 600° С) интерметаллидной  $\chi$ -фазы. Следует отметить существование мартенсита лишь до температуры 600° С. Так как изначально в стали плавки 5 отмечалось существенное (по сравнению с плавкой 4) количество  $\delta$ -феррита, следовательно при температурах выше 600° С в плавке с пониженным содержанием кобальта происходит распад  $\delta$ -феррита на  $\gamma$ - и  $\chi$ -фазы.  $\chi$ -фаза может выделяться и из аустенита, температурным интервалом ее существования для сталей обеих групп легирования является интервал температур 700–1000° С.

Методом оптической металлографии было проанализировано так же изменение микроструктуры деформированных образцов при нагреве интервале температур 300–900° С с шагом 25–50° С. Показано, что при нагреве до 650° С не было выявлено видимых изменений структуры в плавках обеих групп. При нагреве выше 650° С в деформированной мартенситной матрице начинается  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращение с образованием новых недеформированных зерен аустенита.

Для выявления морфологии выделяющихся фаз были проведены электронно-микроскопические исследования как деформированных (рис. 13-15) ( $\epsilon = 1,9$ ) образцов, так и образцов после указанной деформации с последующим старением при 500° С, 1 час. При степени обжатия  $\epsilon = 1,9$  в структуре наблюдается наличие мартенсита деформации, количество которого ~50% для стали плавки 4 и значительно более для плавки 5, для которой наблюдается появление кольцевых дифракционных картин, обусловленное разориентировкой кристаллов с углом  $> 5^\circ$ ; Вследствие мелкозернистости структуры с рефlekсами от ОЦК и ГЦК фаз. Для плавки 5 субмикроскопический размер кристаллов мартенсита составил ~100 нм и меньше.

Проведенные исследования состаренных образцов показали, что фазой ответственной за упрочнение при старении холоднодеформированных сталей является фаза NiAl с упорядоченной кристаллической решеткой типа B2 (рис. 16-18). Образовавшиеся частицы интерметаллидной фазы NiAl, имеют нанокристаллические размеры, являются высокодисперсными, что чрезвычайно важно при получении проволоки тонких размеров.

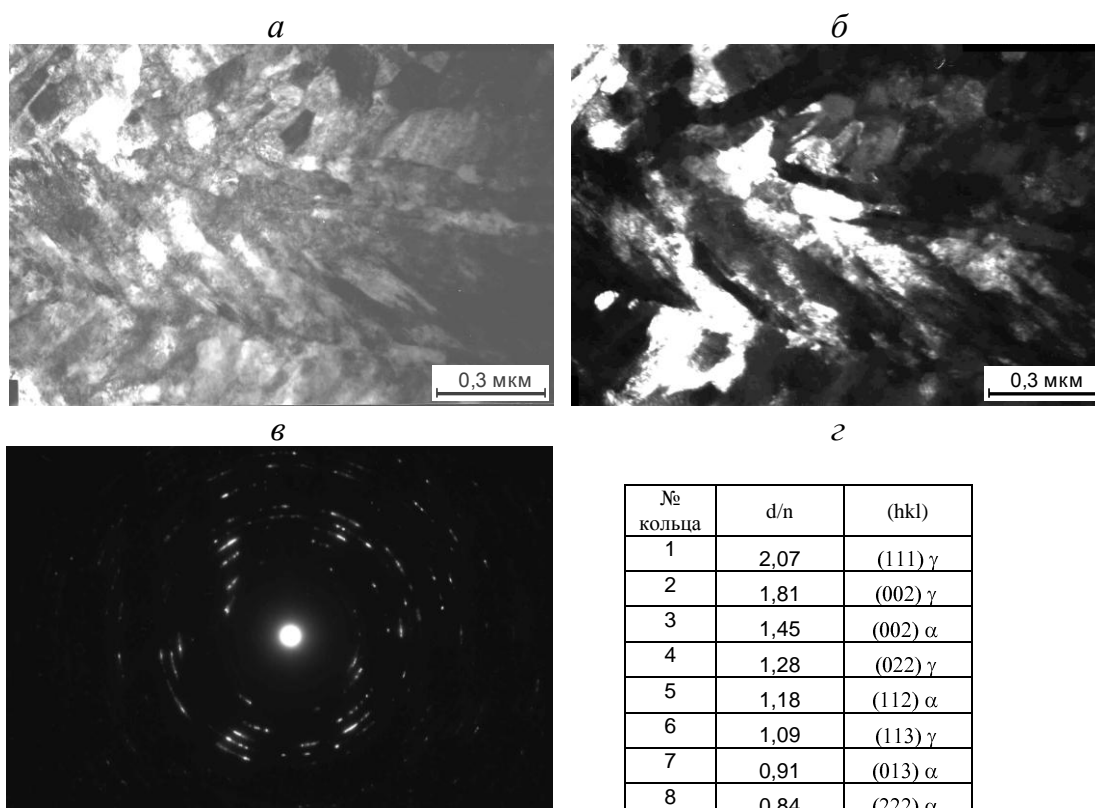


Рис. 13. Тонкая структура стали плавки 4 после закалки (от 1000° С) и деформации ( $\epsilon = 1,9$ ): *a* – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение в рефлексе (111) $\gamma$ ; *в* – микродифракция; *г* – расшифровка кольцевой микродифракции

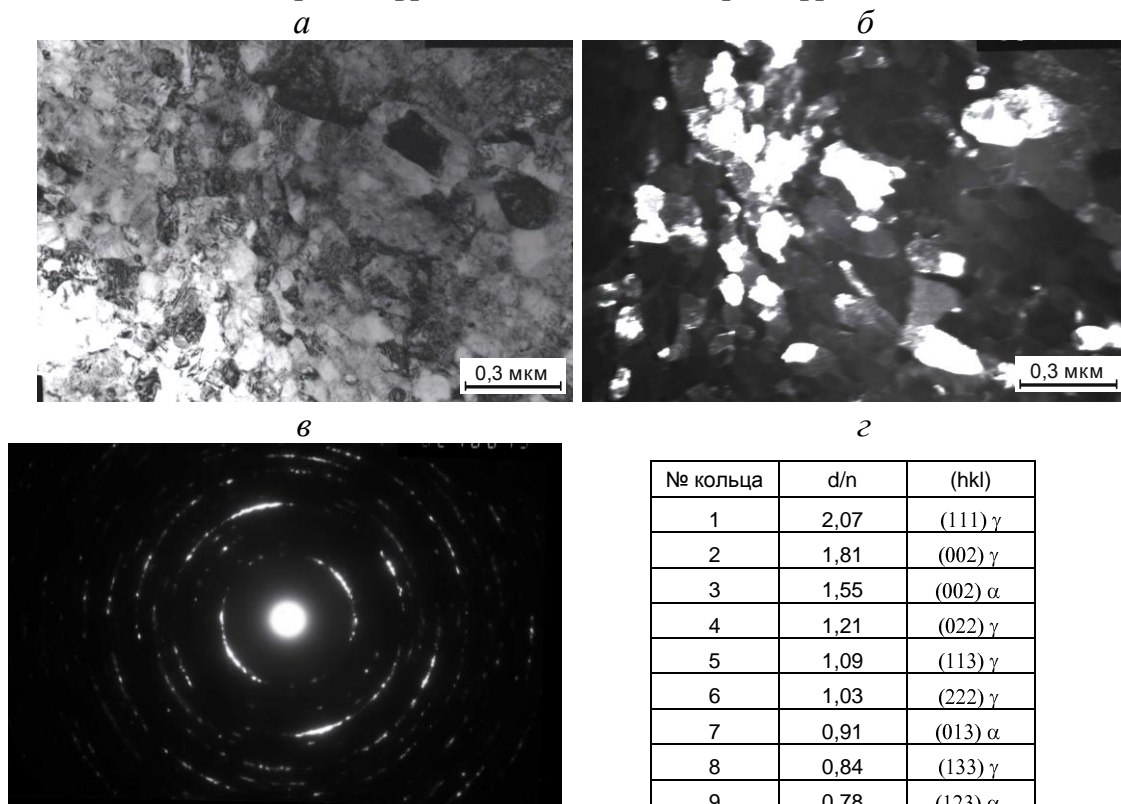


Рис. 14. Тонкая структура стали плавки 5 после закалки (от 1000° С) и деформации ( $\epsilon = 1,9$ ): *a* – светлопольное изображение; *б* – темнопольное изображение в рефлексе (002)  $\alpha$ ; *в* – микродифракция; *г* – расшифровка микродифракции

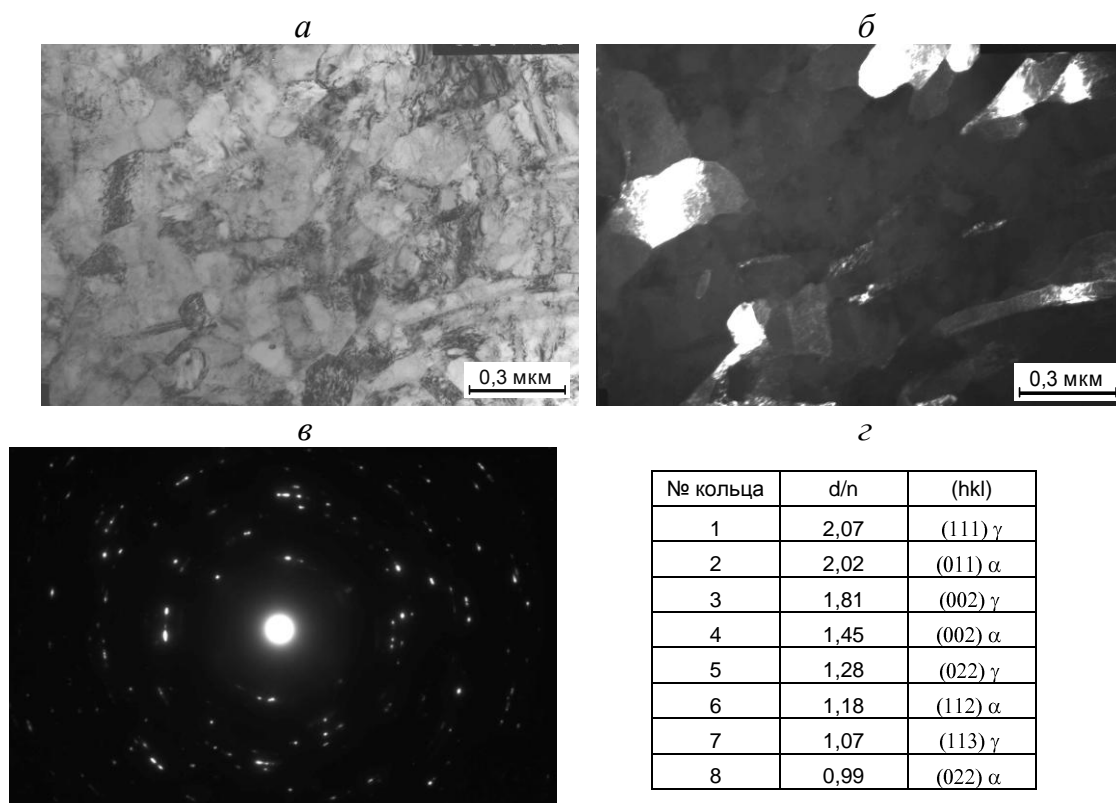


Рис. 15. Тонкая структура стали плавки 11 после закалки (от 1000° С) и деформации ( $\epsilon = 1,9$ ): *a* – светлпольное изображение; *б* – темнопольное изображение в рефлексе (011)  $\alpha$ ; *в* – микродифракция; *г* – расшифровка микродифракции

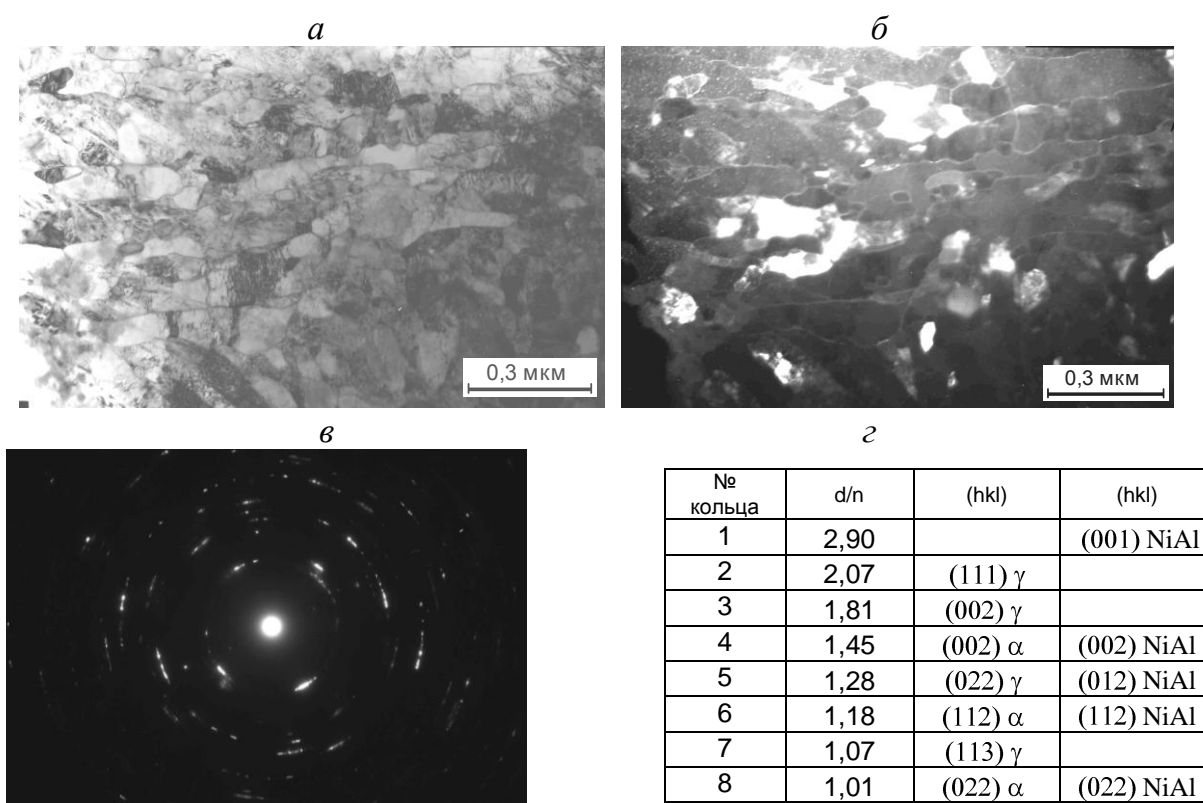


Рис. 16. Тонкая структура стали плавки 4 после закалки (от 1000° С), деформации ( $\epsilon = 1,9$ ) и старения при 500° С (1 ч): *a* – светлпольное изображение; *б* – темнопольное изображение в рефлексе (002)  $\alpha$  и NiAl; *в* – микродифракция; *г* – расшифровка микродифракции



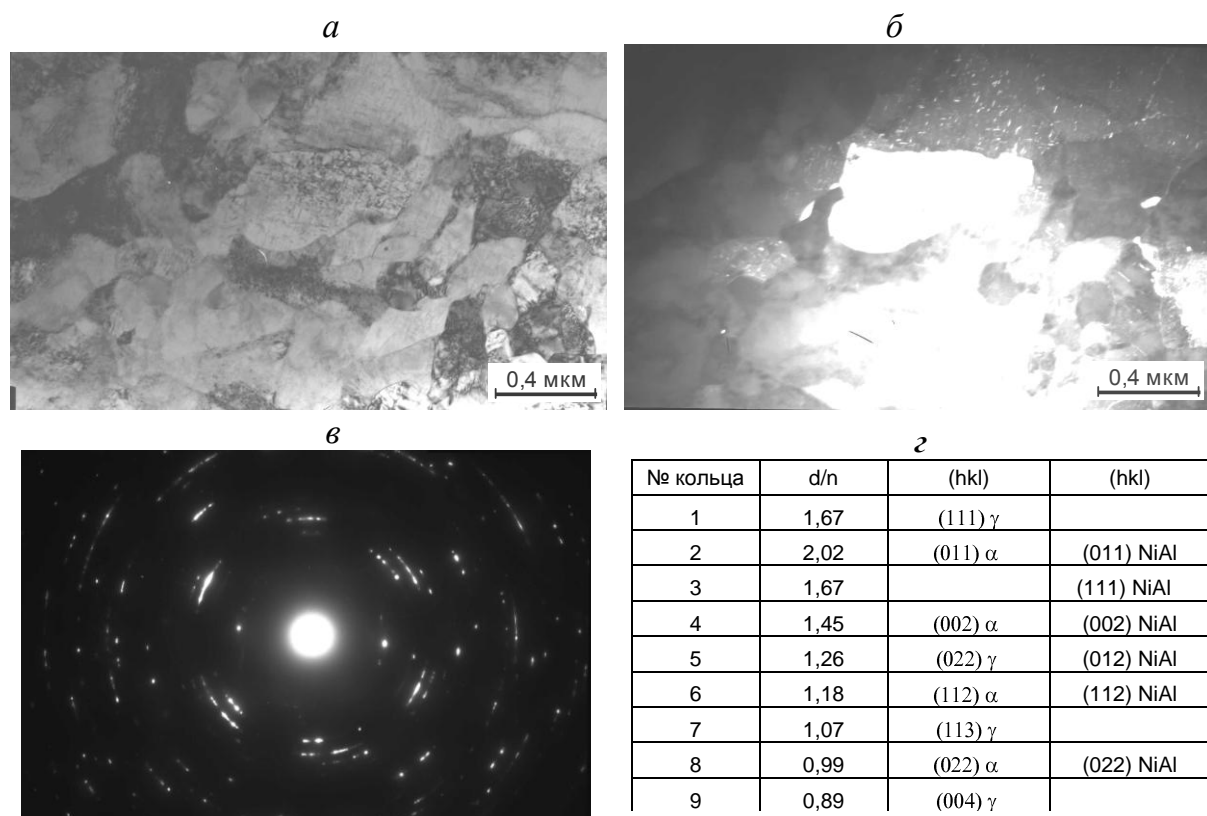


Рис. 17. Тонкая структура стали плавки 5 после закалки (от 1000° С), деформации ( $\epsilon = 1,9$ ) и старения при 500°С (1 ч): *a* – светлпольное изображение; *б* – темнопольное в рефлексе (011)  $\alpha$  и NiAl; *в* – микродифракция; *г* – расшифровка

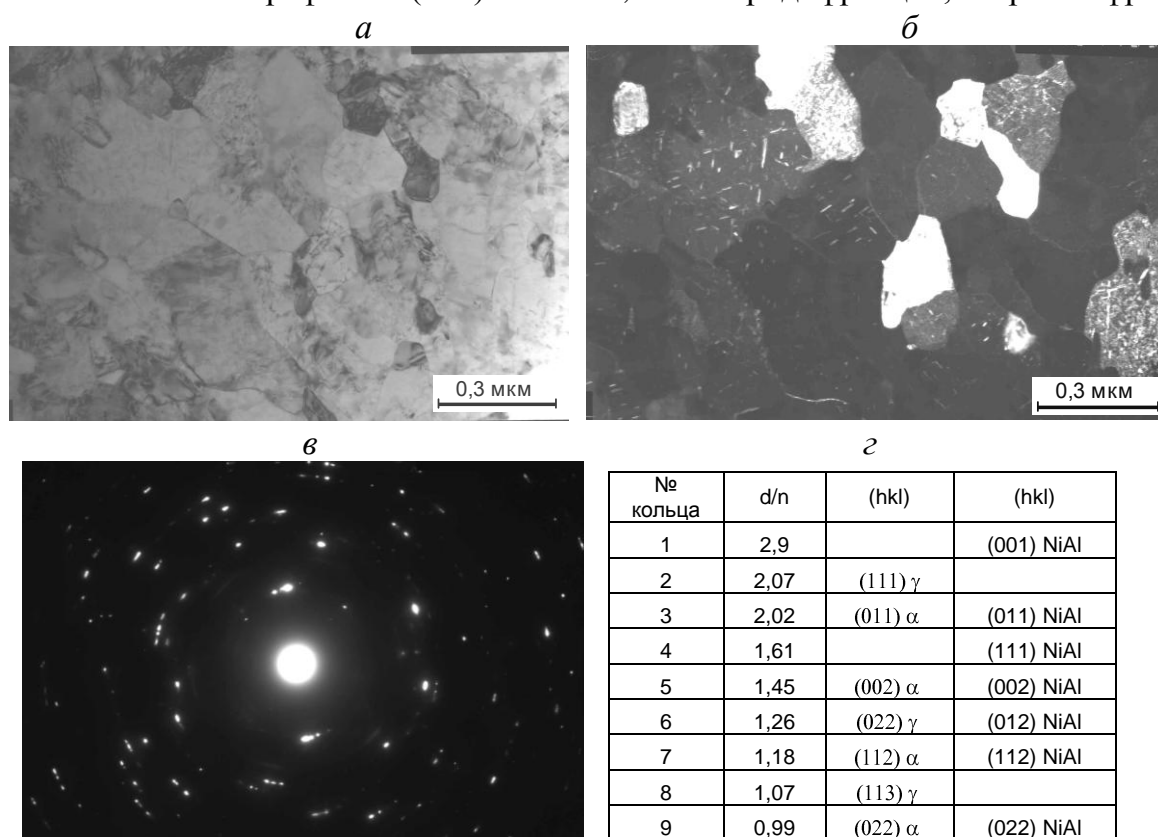


Рис. 18. Тонкая структура стали плавки 11 после закалки (от 1000° С), деформации ( $\epsilon = 1,9$ ) и старения при 500°С (1 ч): *a* – светлпольное изображение; *б* – темнопольное в рефлексе (011)  $\alpha$  и NiAl; *в* – микродифракция; *г* – расшифровка

Отмечено также присутствие в структуре некоторого количества высокотемпературной  $\chi$ -фазы, сохранившейся после закалки. Показано, что при старении деформированных сталей происходит равномерное выделение из ОЦК твердого раствора фазы NiAl, частицы которой имеют сферическую форму, размером порядка 6–10 нм. В тоже время на темнопольных изображениях в рефлекске (011) $\alpha$  и NiAl «светятся» подросшие, но равномерно распределенные в ГЦК матрице выделения фазы NiAl, наблюдавшиеся и при старении после закалки.

Оптимальным с точки зрения сочетания механических свойств, как при умеренной, так и при чрезвычайно высокой деформации, является старение при 500° С, в течение 1 ч.

Из исследованных метастабильных аустенитных сталей двух групп легирования, плавки 4 и 5, была получена коррозионностойкая проволока, обладающая после деформации следующим уровнем механических свойств: диаметр 2–3 мм,  $\epsilon > 2$ :  $\sigma_b = 1630$  МПа,  $\sigma_{0.2} = 1520$  МПа; диаметр 0,5–1,0 мм,  $\epsilon > 4$ :  $\sigma_b = 2330$  МПа,  $\sigma_{0.2} = 2140$  МПа, соответственно. Для диаметра 0,3–0,5 мм,  $\epsilon > 5$ :  $\sigma_b = 2320..2520$  МПа для плавки 4, сталь с малым содержанием кобальта протянуть на данную степень деформации не удалось. Последующее старение дает прирост свойств относительно деформированного состояния, в среднем,  $\Delta\sigma_b = 200$ –250 МПа.

## Заключение

1. Установлены концентрационные интервалы по содержанию хрома от 13,0 до 15,0 %, никеля от 11,0 до 12,0 %, кобальта от 4,0 до 5,5 %, алюминия от 0,5 до 1,0 %, не изменяющие, в сложнолегированной аустенитной стали марки 03X14H11K5M2ЮТ, структурного класса и не приводящие к существенному изменению физико-механических свойств.
2. Установлено, что оптимальной температурой нагрева под закалку, с точки зрения формирования комплекса физико-механических свойств для проведения последующей холодной пластической деформации, является температура 1000..1050° С в воду.
3. Выявлено, что упрочнение при старении закаленных аустенитных сталей незначительно, однако аустенит исследуемой стали является деформационно-нестабильным и полностью превращается в мартенсит деформации при холодной пластической деформации ( $\epsilon \approx 3,0$ ). Прочностные свойства при этом возрастают  $\sim$  в 5 раз, по сравнению с закаленным состоянием.
4. Показано, что кобальт подавляет образование  $\delta$ -феррита в исследуемых кобальтсодержащих сталях. Увеличение содержания кобальта (4,5..5,0 мас. %) улучшает однородность структуры аустенитной стали, вследствие подавления образования  $\delta$ -феррита. Стали с пониженным ( $\sim 1,0$  мас. %) содержанием кобальта обладают меньшей технологичностью при волочении, но могут быть использованы для пружин и упругих элементов, не испытывающих тяжелого нагружения высокотемпературного воздействия.
5. Экспериментально установлены температурные интервалы существования интерметаллидных фаз, NiAl и  $\chi$ -фазы, в метастабильных аустенитных сталях при нагреве. Показаны температурные интервалы существования фаз: NiAl 300..500° С,  $\chi$ -фазы – 700..1000° С. Выявлено, что NiAl является упрочняющей фазой, частицы имеют сферическую форму, размер порядка 6..10 нм и равномерно распределены по объему зерна. Показано, что нагрев в область температур существования  $\chi$ -фазы является технологически нежелательным, с точки зрения формирования структуры для холодной пластической деформации волочением.
6. Показано изменение состава  $\chi$ -фазы с увеличением содержания в аустенитных сталях кобальта. Отмечено, что в кобальтсодержащих (4,5..5,0 мас. %) сталях обнаруженная высокотемпературная интерметаллидная  $\chi$ -фаза переменного состава, дополнительно содержит кобальт. Его наличие обуславливает следующее изменение ориентировочного состава  $\chi$ -фазы:  $(\text{Fe}, \text{Ni})_{42,0} \text{Cr}_{13,0} \text{Mo}_{2,0} \text{Al}_{1,0} \rightarrow (\text{Fe}, \text{Ni})_{39,0} \text{Cr}_{14,0} \text{Mo}_{2,0} \text{Co}_{2,0} \text{Al}_{1,0}$  (согласно атомным процентам по данным МРСА) из расчета на 58 атомов элементарной ячейки  $\chi$ -фазы.

### Список используемых источников

1. Мальцева Л.А. Особенности формирования структуры и свойств при термопластической обработке безуглеродистой аустенитной коррозионностойкой стали 03X13H8K5M2Ю<sub>0,8</sub>T / Л.А. Мальцева, Н.Н. Озерец, С.В. Грачев, Т.В. Мальцева, О.Я. Завьялова // Материаловедение. 2007. № 5. С. 38-41.
2. Мальцева Л.А. Закономерности фазовых и структурных превращений в безуглеродистых высокопрочных коррозионно-стойких сталях на Fe-Cr-Ni-Co-Mo-Ti основе / Л.А. Мальцева // Журнал функциональных материалов. 2007. Т. 1. № 2. С. 75-79.
3. Грачев С.В. Новые высокопрочные коррозионно-стойкие стали для медицинского инструмента / С.В. Грачев, Л.А. Мальцева, В.Д. Щербаков // Медицинская техника. 1995. № 2. С. 24-27.
4. Рыжак С.С. Влияние фазового состава и структуры мартенситностареющей стали 00X11H10M2T на склонность к охрупчиванию при низкотемпературном старении / С.С. Рыжак, Л.В. Тарасенко, И.П. Жегина [и др.] // МиТОМ. 1981. № 9. С. 54-57.
5. Масалева Е.Н. Фазовые превращения в высокопрочной нержавеющей стали 0X11H10M2T / Е.Н. Масалева, Г.Д. Пирогова // МиТОМ. 1976. № 9. С. 38-41.
6. Рундквист Н.А. Фазовые превращения, свойства и разработка технологии получения высокопрочной проволоки из мартенситностареющей стали: Диссертация на соискание ученой степени канд. техн. наук. Свердловск: УПИ им. С.М. Кирова, 1984.

По результатам научной работы в соавторстве опубликованы следующие научные работы:

№ п/п	Название работы, ее вид	Форма работы	Выходные данные	Объем в с.	Соавторы
1	2	3	4	5	6
1	The effect of intense external influences on the structure and properties of alloys (Эффект интенсивного внешнего воздействия на структуру и свойства сплавов) (статья на англ. языке)	Печ.	La Metallurgia Italiana. 2013. № 1 (105). P. 31-34. ISSN 0026-0843.2013.	4/ 0,6	Maltseva L.A. Maltseva T.V. Sharapova V.A. Levina A.V.
2	Corrosion-resistant austenitic steels for elastic elements (Коррозионностойкие аустенитные стали для упругих элементов) (статья на англ. языке)	Печ.	Emerging Materials Research. Volume 2. Issue 4. June 2013. P. 207-215. <a href="http://www.icevirtuallibrary.com/content/article/10.1680/emr.13.00005">http://www.icevirtuallibrary.com/content/article/10.1680/emr.13.00005</a>	9/ 1,5	Maltseva L.A. Maltseva T.V. Sharapova V.A. Khramtsova K.D. Tretnikova M.P.
3					
4					
5					

Исполнитель НИР

\_\_\_\_\_

/Н.Н.Озерец/